

MANUFACTURE OF GRAIN ORIENTED ELECTRICAL SHEET SUPERIOR IN MAGNETIC CHARACTERISTIC AND LESS IN EAR CRACKING AT HOT ROLLING

Patent Number: JP62096615
Publication date: 1987-05-06
Inventor(s): YOSHITOMI YASUNARI; others: 01
Applicant(s): NIPPON STEEL CORP
Requested Patent: ☐ JP62096615
Application Number: JP19850234633 19851022
Priority Number(s):
IPC Classification: C21D8/12; B21B3/00; H01F1/16
EC Classification:
Equivalents: JP1935789C, JP6063031B

Abstract

PURPOSE: To manufacture grain oriented electrical sheet less in iron loss and free from ear crack hole at hot rolling, by adding traces of specified Sn, Nb, raising Si content and reducing sheet thickness at manufacturing silicon steel sheet.
CONSTITUTION: Silicon steel slab contg. by weight 2.5-4.0% Si, 0.04-0.10% C, 0.04-0.4% Sn, 0.002-0.06% Nb, 0.015-0.040% acid soluble Al, 0.0040-0.0100% N, 0.030-0.150% Mn, 0.015-0.040% S is hot rolled and made to hot rolled plate having 1-5mm thickness by finish hot rolling through soln. heat treatment. This is cold rolled at one time or more contg. final cold rolling of $\geq 80\%$ severe draft, intermediately annealed during them and subjected to well known decarbonization annealing after the final cold rolling. Next, the sheet is coated with annealing separator agent made mainly of MgO and finally finish annealed. Si content is increased, sheet thickness is reduced iron loss is decreased and stabilization of secondary crystal is improved by Sn addition, and Nb is added to manufacture low iron loss grain oriented electrical sheet free from ear cracking at time of hot rolling.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-96615

⑤ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)5月6日

C 21 D 8/12
B 21 B 3/00
H 01 F 1/16

B-8417-4K
7516-4E
7354-5E

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

⑭ 発明の名称 熱間圧延での耳割れが少なく磁気特性の優れた一方向性電磁鋼板の製造方法

⑯ 特 願 昭60-234633

⑰ 出 願 昭60(1985)10月22日

⑱ 発 明 者 吉 富 康 成 北九州市八幡東区枝光1-1-1 新日本製鐵株式会社第3技術研究所内

⑲ 発 明 者 植 野 清 北九州市八幡東区枝光1-1-1 新日本製鐵株式会社第3技術研究所内

⑳ 出 願 人 新日本製鐵株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番3号

㉑ 代 理 人 弁理士 青 木 朗 外4名

明 細 書

1. 発明の名称

熱間圧延での耳割れが少なく磁気特性の優れた一方向性電磁鋼板の製造方法

2. 特許請求の範囲

重量として Si : 2.5 ~ 4.0 %, C : 0.04 ~ 0.10 %, Sn : 0.04 ~ 0.4 %, Nb : 0.002 ~ 0.06 %, 酸可溶性 Al : 0.015 ~ 0.040 %, N : 0.0040 ~ 0.0100 %, Mn : 0.030 ~ 0.150 %, S : 0.015 ~ 0.040 % を含有する珪素鋼素材スラブを熱間圧延し、圧延率 80 % 超の強圧下最終冷間圧延を含む1回以上の冷間圧延とその間に行なう中間焼鈍と最終冷間圧延後の脱炭焼鈍、最終仕上焼鈍を施すことを特徴とする熱間圧延での耳割れが少なく磁気特性の優れた一方向性電磁鋼板の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、トランス等の鉄心に用いられる、熱間圧延での耳割れが少なく鉄損特性の優れた高磁束密度一方向電磁鋼板の製造に関するものである。

(従来の技術)

一方向性電磁鋼板は、軟磁性材料として主にトランスその他の電気機器の鉄心材料に使用されているものであり、その磁気特性としては励磁特性と鉄損特性が良好でなくてはならない。

この励磁特性を表わす数値として通常 B₀ (磁場の強さ 800 A/m における磁束密度) を用い、鉄損特性を表わす数値として W_{17/50} (50 Hz で 1.7 T まで磁化させた時の 1 kg 当りの鉄損) を用いている。

この一方向電磁鋼板は通常 2 次再結晶現象を利用して鋼板面に {110} 面、圧延方向に <001> 軸をもったいわゆるゴス組織を発達させることによって得られている。良好な磁気特性を得るためには磁化容易軸である <001> 軸を圧延方向に高度に揃える事が重要である。又板厚、結晶粒度、固有抵抗、表面被膜、鋼板の純度等も磁気特性に大きな影響を及ぼす。

方向性については、AlN、MnS をインヒビターとして利用する方法 (特公昭 40-1566 号公報) およ

び MnSe あるいは MnS と Sb をインヒビターとして利用する方法（特公昭51-1349号公報）によって大巾に向上し、それに伴って鉄損特性も著しく向上してきた。また他のインヒビター構成元素として Pb, Sb, Nb, Te を利用する方法（特公昭38-8214号公報）、Zr, Ti, B, Nb, Ta, V, Cr, Mo を利用する方法（特開昭52-24116号公報）、Nb, Ti を利用する方法（特開昭55-14858号公報）Sn を利用する方法（特公昭57-9419号公報）等が提案されている。

一方近年エネルギー価格の高騰を背景として、トランスメーカーは低鉄損トランス用素材への指向を一段と強めている。低鉄損素材としてアモルファス合金や 6.5% Si 鋼等の開発も進められているが、トランス用材料として工業的に使用するには解決すべき問題を残している。そこで低鉄損化の方法として方向性電磁鋼板の板厚を薄くすることや固有抵抗を高めるため Si 量を増すことによって鉄損を減少させることなどに努力が払われてきた。

なり熱延板端部の割れ（耳割れ）を生じさせる。また Sn は粒界に偏析するため耳割れを助長する傾向がある。つまり Sn を添加し Si 量を高めて鉄損特性を向上させる方法は熱間圧延時の耳割れを増し歩留低下を引き起こすという欠点をもっている。

（本発明が解決しようとする問題点）

本発明は AlN, MnS を主インヒビターとする高磁束密度を有する電磁鋼板を、Si 量を増加させる方法によって鉄損特性を改善しようとする場合、二次再結晶の安定のため Sn を添加するので熱間圧延での耳割れが一層増加し、歩留が低下するという問題点を解決する方法を提供するものである。

（問題点を解決するための手段）

本発明は、Sn 添加によって Si の増量、板厚の減少による鉄損低減策を容易にすると同時に、Nb 添加によって熱間圧延時の耳割れを減少させ歩留りを向上させることに成功した一方向性電磁

鋼板の板厚を薄くすることや鋼中の Si 量が高めることが鉄損を減少させる上で有効であることは以前から知られていたことであるが、この2つの方法とも2次再結晶の不安定をひきおこす等の理由で、板厚と Si 量は制限をうけてきた。AlN, MnS をインヒビターとして利用する製造方法において Sn を添加する方法（特公昭57-9419号公報）は2次再結晶の安定化に極めて有効であり、板厚を薄くすることや Si 量が高めることに伴う欠点を改善し、従来の板厚 0.30～0.35 mm を 0.15～0.23 mm に、従来の Si 量 2.9～3.1% を 3.2～3.5% とした鉄損特性の優れた成品を製造することを可能とした。

しかしながら、Si 量が高める場合、適切な熱延板組織を得るため Si 量に応じて C 量が高められており、熱間圧延中の鋼板中の r 量は Si 量が低い場合とほぼ同じであるが Si 量が増した状態となっている。Si は α と r で溶解度が異なり、 $\alpha \rightarrow r$ 変態、 $r \rightarrow \alpha$ 変態が生じる熱間圧延中、粒界近傍に偏析する傾向を有し、内部割れの原因と

鋼板の製造方法を提供するものである。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明者らは、Sn を添加することが Si の増量、板厚の減少による鉄損低減策を容易にする有効な手段であることに着目し、その欠点である熱間圧延時の耳割れ増加を解決する手段について模索した結果微量の Nb を鋼中に添加することにより、所期の目的を達し、熱間圧延での耳割れが少なく磁気特性の優れた一方向性電磁鋼板を製造できることを見出し、本発明を完成したのである。

以下、本発明において出発素材であるスラブの成分を規定した理由について説明する。

Si は 4% を超すと脆化が激しく冷間圧延が困難となり好ましくない。一方 2.5% 未満では電気抵抗が低く良好な鉄損特性を得難い。

C は 0.04% 未満では適切な1次再結晶組織が得ることが難しいため2次再結晶組織が不完全なものとなる。一方 0.10% を超えると脱炭不良となり好ましくない。

Sn は、0.04% 未満では MnS 等を微細に析出さ

せて析出分散相を改善するという効果が十分でない。一方、0.4%を超えるとフォーステライト被膜が劣化して好ましくない。

Nb は本発明の特徴をなす元素であるが、その添加量が0.06%を超すと2次再結晶の不安定が生じ、0.002%未満では熱間圧延時の耳割れ減少の効果が十分でない。

酸可溶性 Al、N は本発明において高磁束密度を得るために必須の主インヒビター AlN を得るための基本成分であり、上記範囲を外れると2次再結晶が不安定となり好ましくないので酸可溶性 Al は0.015～0.040%、N は0.0040～0.0100%とする。

また、Mn および S はインヒビター MnS を形成するために必要な元素であり、上記範囲を外れると2次再結晶が不安定となり好ましくないので Mn は0.030～0.150%、S は0.015～0.040%と定める。

更に本発明において0.005～0.04%の Se、0.001～0.4%の Cr、Ni、Mo、Sb、Cu、

As、Bi 等の1種又は2種以上を本発明の素材に含有することは許容される。

上記成分の溶鋼を造塊-分塊圧延又は連続製造で100～400mm厚のスラブとし、ひき続く熱間圧延において、MnS等の溶体化のため1300～1400℃に数時間保持した後粗圧延で20～60mm厚にし、ひき続く仕上圧延によって1～5mm厚の熱延板とする。熱延の仕上り温度は900～1100℃である。この熱延板に700～1200℃の焼鈍を必要に応じて行い、圧下率80%超の強圧下最終冷延を含む1回以上の冷間圧延とその間に中間焼鈍を行う。最終冷間圧延に先立つ中間焼鈍は必要に応じて900～1200℃に30秒から30分保持した後急冷し AlN の析出コントロールを行う。冷間圧延工程での複数パス間に50～400℃の時効処理を行うと、一層優れた磁気特性が得られる。最終冷間圧延後は公知の脱炭焼鈍を施し、MgO を主成分とする焼鈍分離剤を塗布し、ひき続く最終仕上焼鈍では N₂、H₂ 又はその混合ガス中で鋼板を1000℃以上に昇温し数時間保持する。最終仕上焼鈍後、張力付加

を目的とした焼鈍を行うことによって一層優れた磁気特性が得られる。

本発明者らは次に述べる実験により上記 Nb 量の適性範囲を決定した。

先ず本発明者らは真空溶解によって Si = 3.25%、C = 0.07%、Sol Al 0.027%、N = 0.008%、Mn = 0.08%、S = 0.027%、Sn = 0.12%、Nb = 0.002～0.094%又は<0.001%を含有し残余 Fe なるインゴットを作成し、分塊圧延によって素材を40mm厚に調整した後、加熱炉に入れ1350℃に90分保持し、①1150℃圧延スタート、1パスで15mm(圧下率63%)に仕上げる。②1200℃圧延スタート後6パスで2.3mmに仕上げる(仕上げ出口温度1050℃)という2通りの熱間圧延の実験を行った。第1図に1パス圧下材の耳割れ最大深さと Nb 量との関係を示す。第1図に示すように Nb ≥ 0.002%で耳割れが減少していることがわかる。6パス圧下2.3mm仕上げの熱延板に関してはひき続き N₂ 90%、H₂ 10%の混合ガス中で1130℃に30秒保持後、

900℃に1分間保持し急冷し、酸洗しかかる後約90%冷間圧延して0.225mmとした。得られた冷延板を公知の方法で脱炭焼鈍し、焼付分離剤を塗布し仕上焼鈍した後張力コーティングを施して一方向性電磁鋼板を得た。製品の磁気特性を第2図に示す。第2図に示すように Nb > 0.06%となると磁性が劣化することがわかる。第1図、第2図の結果より Nb 量は0.002～0.06%とすべきことがわかる。

Nb が耳割れ減少に有効であるという新知見の理由に関しては必ずしも明らかではないが、本発明者らは以下の如く推察している。熱間圧延での耳割れ発生のメカニズムを考える上で重要な点の1つにα-γ変態がある。S、Siの固溶度はα相がγ相より大きいため、熱間圧延中のα-γ変態、γ→α変態はS、Siの偏析を生ずる大きな原因の1つと考えられる。S、Siの偏析は変態を経た相あるいはその近傍に生じ、粒界ほどその傾向が顕著と思われる。粒界あるいは粒界近傍のS、Siの偏析は内部割れの原因となると考えられ

る。また α 相と r 相で変形態が異なることも応力の不均一性、メタルフローの不均一性を生む原因となると考えられる。一方巾方向端部(耳)は圧延方向に張力がかけられた状態となっているため、内部割れや不均一なメタルフローが生じた場合割れに達する可能性が高くなっている。結局熱間圧延前に1350~1400℃に保持され α 単相であった鋼に熱間圧延中に $\alpha-r$ 変態が部分的に生じ、 α 、 r の2相状態となりつつ加工を加えられること自体端部に割れを生じる原因となると考えられる。他方Nbは α 安定化元素であり、 $\alpha-r$ 変態に影響を与え、 α を安定化させることを通じて熱間圧延中のメタルフローを均一化し、その結果として熱間圧延での耳割れ減少に有効に働いたと推察される。第3図に本実験6パス熱延材の耳割れとNb量の関係を示す。第3図からわかるようにNb添加は耳割れ低減に非常に有効である。

またNbは窒化物生成元素であり、第2図に示すようにNb>0.06%となるとNbNの析出がA₁N析出に悪影響を与えることによって磁性が劣化する

と考えられる。

以下実施例について述べる。

(実施例1)

真空溶解によって Si = 3.26%, C = 0.069%, 酸可溶性 Al = 0.026%, N = 0.0080%, Mn = 0.076%, S = 0.028%, Sn = 0.12%, Cu = 0.077%, Nb = 0.019, 0.040, 0.090 又は<0.001%を含有し、残余Feなるインゴットを作成し、分塊圧延によって素材を40mm厚に調整した後、加熱炉に入れ、素材を1350℃に90分保持した後空冷し、1200℃から6パスの熱間圧延を行い2.3mm厚の熱延板を得た。熱間圧延の仕上げ温度は1000~1100℃であった。熱延板をひき続き次の3つの条件で工程処理し一方向性電磁鋼板を得た。

(1) 熱延板焼鈍(1130℃に30秒保持後900℃に1分保持し急冷)→強圧下冷間圧延(0.285mm仕上げ)→脱炭焼鈍(850℃に150秒保持)→焼鈍分離剤塗布→最終仕上げ焼鈍(1200℃に20時間保

持)→張力コーティング

(2) 強圧下冷間圧延の仕上げ板厚が0.225mmであり、他の条件は(1)に同じ

(3) 熱延板焼鈍(1000℃に3分間保持後急冷)→冷間圧延(1.25mm仕上げ)→中間焼鈍(1130℃に30秒保持後850℃に1分間保持し急冷)→強圧下冷間圧延(0.175mm仕上げ)→ひき続く処理の条件は(1)に同じ

熱延板での耳割れと成品の磁気特性の結果を第1表に示す。

以下余白

第 1 表

製品板 厚(mm)	Nb (%)	磁 気 特 性		熱延板で の耳割れ 最大深さ (mm)
		B ₉ (T)	W17/50 (Watt/kg)	
0.285	<0.001	1.93	0.94	20
0.285	0.019	1.92	0.95	12
0.285	0.040	1.92	0.95	10
0.285	0.090	1.75	—	2
0.225	<0.001	1.91	0.95	15
0.225	0.019	1.92	0.94	11
0.225	0.040	1.92	0.96	7
0.225	0.090	1.73	—	3
0.175	<0.001	1.90	0.90	18
0.175	0.019	1.90	0.91	10
0.175	0.040	1.89	0.90	8
0.175	0.090	1.70	—	3

(実施例2)

真空溶解によって $Si = 3.50\%$, $C = 0.078\%$, 酸可溶性 $Al = 0.027\%$, $N = 0.0083\%$, $Mn = 0.080\%$, $S = 0.026\%$, $Sn = 0.10\%$, $Cr = 0.050\%$, $Cu = 0.070\%$, $Nb = 0.010$, 0.080 又は $<0.001\%$ を含有し、残余 Fe なるインゴットを作成し、分塊圧延によって素材を 40 mm 厚に調整した後、加熱炉に入れ素材を $1380^{\circ}C$ に 60 分保持した後空冷し $1200^{\circ}C$ から 6 パスの熱間圧延を行い、 2.3 mm 厚の熱延板を得た。熱間圧延の仕上げ温度は $1050 \sim 1100^{\circ}C$ であった。熱延板をひき続き次の2つの条件で処理し一方向性電磁鋼板を得た。

(1) 熱延板焼鈍 ($1125^{\circ}C$ に 30 秒保持後 $850^{\circ}C$ に 1 分間保持し急冷) → 強圧下冷間圧延 (0.225 mm 仕上げ) → 脱炭焼鈍 ($850^{\circ}C$ に 150 秒保持) → 焼鈍分離剤塗布 → 最終仕上げ焼鈍 ($1200^{\circ}C$ に 20 時間保持) → 張力コーティング

(2) 冷間圧延 (1.55 mm 仕上げ) → 中間焼鈍 ($1125^{\circ}C$ に 30 秒保持後 1 分間保持し急冷) →

強圧下冷間圧延 (0.225 mm 仕上げ) → ひき続く処理条件は(1)に同じ

熱延板での耳割れと成品の磁気特性の結果を第2表に示す。

第 2 表

熱延板の処理条件	Nb (%)	磁気特性		熱延板での耳割れの最大深さ (mm)
		B _a (T)	W17/50 (Watt/kg)	
(1)	< 0.001	1.92	0.92	25
(1)	0.010	1.93	0.91	12
(1)	0.080	1.70	—	7
(2)	< 0.001	1.92	0.89	22
(2)	0.010	1.92	0.90	14
(2)	0.080	1.73	—	5

(発明の効果)

以上のとおり、本発明によれば、一方向性珪素鋼中に少量の Nb を添加することで、優れた磁気特性を保ったまま熱間圧延での耳割れによる歩留

り低下を防ぐことができるので、その工業的効果は大きい。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、Nb 量と熱間圧延での耳割れの関係図、第2図は、Nb 量と磁気特性との関係図、第3図は、Nb 量と熱間圧延での耳割れとの関係を示す金属組織写真である。

特 許 出 願 人

新日本製鐵株式会社

特許出願代理人

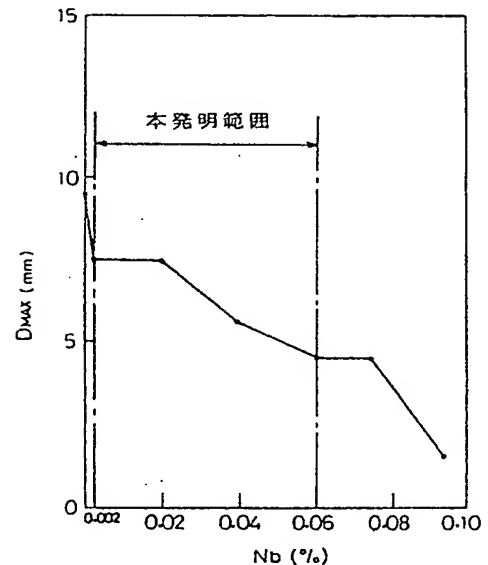
弁理士 青 木 朗

弁理士 西 舘 和 之

弁理士 村 井 卓 雄

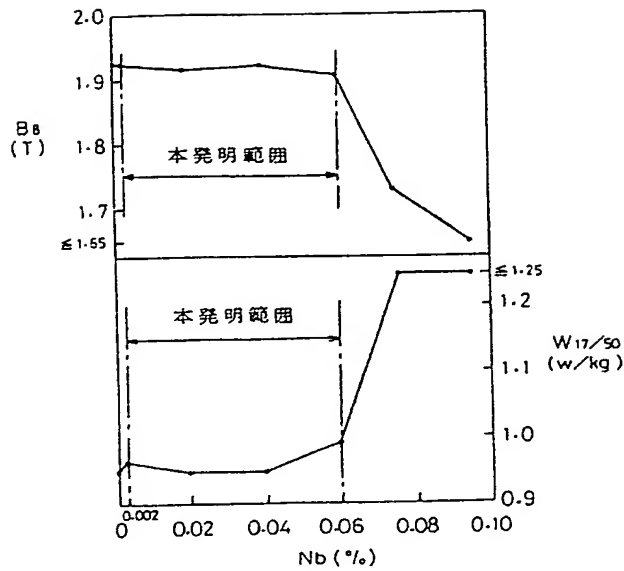
弁理士 山 口 昭 之

弁理士 西 山 雅 也



1 パス圧下材の耳割れ最大深さ (D_{max}) に及ぼす Nb の影響 (各点 $n = 2$ の平均)

第 1 図



磁気特性に及ぼす Nb の影響
(各点 $n = 2$ の平均)

第 2 圖

手続補正書（自発）

昭和60年12月28日

特許庁長官 宇 賀 道 郎 殿

1. 事件の表示
昭和60年特許願第234633号
2. 発明の名称
然間圧延での耳割れが少なく磁気特性の
優れた一方向性電磁鋼板の製造方法
3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人

名称 (665) 新日本製鐵株式会社

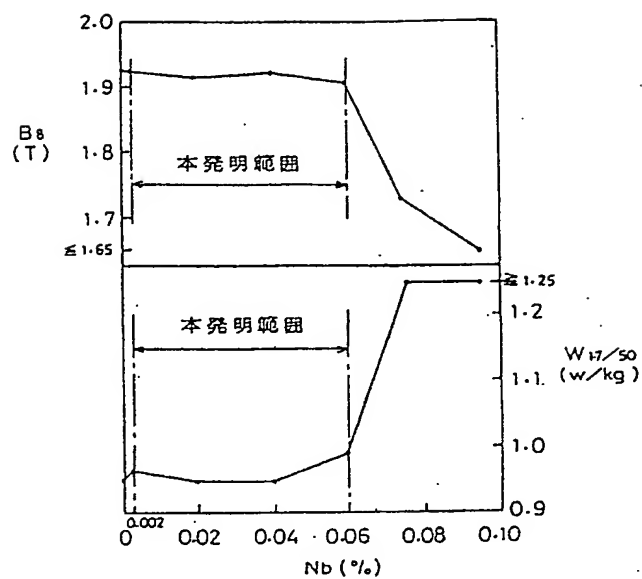
4. 代理人
住所 〒105 東京都港区虎ノ門一丁目 8番10号
静光虎ノ門ビル 電話 504-0721
氏名 弁理士 (6579) 青 木 朗
(外4名)



第3 図 熱延板の耳割れに及ぼすNbの影響
(端部近傍の平面写真)

5. 補正の対象
- (1) 明細書の「発明の詳細な説明」の欄
- (2) 図面(第2図)
6. 補正の内容
- (1) 発明の詳細な説明
- (イ) 明細書第8頁第5行の「Mns」を「MnS」に訂正する。
- (ロ) 明細書第11頁第3行の「一方中方向」を「一方、巾方向」に訂正する。
- (ハ) 明細書第15頁第20行の「保持後1分間保持し」を「保持後850℃に1分間保持し」に訂正する。
- (2) 図面(第2図)を別紙のように訂正する。

7. 添付書類の目録
- 図 面 (第 2 図) 1 通



磁気特性に及ぼす Nb の影響
(各点, $n = 2$ の平均)

第 2 図